

Ein neues Erhitzungsmikroskop

von

C. Doelter,

k. M. k. Akad.

(Mit 3 Textfiguren.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 18. März 1909.)

Im Jahre 1904¹ beschrieb ich ein Krystallisationsmikroskop mit elektrischer Heizung. Dieses Heizmikroskop habe ich nach demselben Prinzip umgestaltet, um es mehrfachen Aufgaben nutzbar zu machen und namentlich um das Photographieren der Schmelz- und Krystallisationsvorgänge zu erleichtern und um in einzelnen Fällen auch etwas stärkere Vergrößerungen zur Anwendung zu bringen, sowie auch das Arbeiten in verschiedenen Gasen mit demselben zu gestatten.

Die Heizung ist auch hier die elektrische, da bei Gasheizung niemals genaue Temperaturmessungen möglich sind, weil ja in der Flamme die Temperaturen an verschiedenen Teilen derselben so verschieden sind, daß konstante Temperatur nicht gut erreichbar ist, auch können damit so hohe Temperaturen nicht erhalten werden.²

Das Instrument wird von der Firma C. Reichert in Wien hergestellt und kann, wie erwähnt, zu verschiedenen physikalisch-chemischen wie krystallographischen Untersuchungen verwendet werden. Durch Beigabe eines in den Tubus passenden Verlängerungseinsatzrohrs wird es auch

¹ Diese Sitzungsberichte, Bd. 113, Abt. I (1904).

² Ein sehr schönes Heizmikroskop ist das der Firma Zeiß, von Siedentopf konstruiert; es hat jedoch Gasheizung und gibt auch keine hohen Temperaturen; es dient hauptsächlich zum Studium der flüssigen Krystalle (Zeitschrift für Elektrochemie), Bd. XII, 592.

ermöglicht, nach Wegnahme des Ofens das Mikroskop für die gewöhnlichen Zwecke zu gebrauchen.

Die Aufgaben, welchen das Mikroskop gerecht werden soll, sind insbesondere zweierlei Art: 1. Untersuchungen von Krystallplatten, Schliften u. dgl. bei Temperaturen, die 1000° nicht übersteigen, wobei polarisiertes Licht zur Anwendung gelangen soll; 2. Untersuchungen der Schmelz- und Krystallisationsvorgänge bei zirka 1600° , insbesondere Bestimmung von Schmelzpunkten, Erstarrungs- und Umwandlungspunkten. Hierbei kann bis über zirka 1200° auch polarisiertes Licht verwendet werden. Auch das Verhalten von Stoffen in verschiedenen Gasen soll zur Beobachtung gelangen.

Der prinzipielle Unterschied besteht darin, daß im ersten Falle Sonnenlicht oder anderes künstliches Licht (Bogenlampe), welches durch einen Polarisator polarisiert ist, angewandt wird, während im zweiten Falle die Lichtquelle der glühende Ofen und das Objekt selbst sind.

I. Es könnte zwar für beide Zwecke derselbe Ofen verwendet werden, doch ist es weit zweckmäßiger, da, wie unten weiter ausgeführt, bei Verwendung des Ofens für höhere Temperaturen eine stärkere Vergrößerung ausgeschlossen ist, einen kleineren Ofen anzuwenden, der stärkere Vergrößerungen gestattet.

Von 700° an macht sich bereits das Eigenlicht des Ofens bemerkbar und ist es zweckmäßig, eine sehr starke Lichtquelle zu verwenden; als solche dient eine elektrische Bogenlampe mit kontinuierlichem Betriebe, bei welcher die Kohlenstifte sich automatisch verschieben.

Der Polarisator ist ein Nikol, der drehbar und ganz so angebracht ist wie bei den für mineralogisch-petrographische Zwecke dienenden Mikroskopen. Der Tisch des Mikroskops ist drehbar und hat eine Kreisteilung. Außer einem aufsetzbaren Nikol enthält der Tubus einen oberen drehbaren Nikol und können darin die üblichen Gips- oder Quarzblättchen eingeschaltet werden.

Von der bei neueren mineralogischen Mikroskopen häufig angebrachten Vorrichtung, die beiden Nikols gleichzeitig zur Drehung zu bringen, wurde Abstand genommen, da das Instru-

ment, welches doch auch noch zu anderen Zwecken dienen soll, dadurch ungemein kompliziert würde, abgesehen von der wesentlichen Verteuerung durch Anbringung dieser Einrichtung gegenüber einem verhältnismäßig geringen Nutzen.

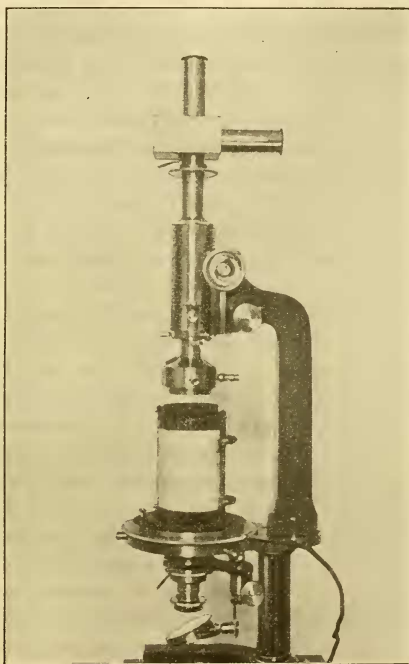


Fig. 1.

Der Tisch des Mikroskops ist durch zwei Schrauben verschiebbar gemacht und der Tubus ist behufs Zentrierung ebenfalls mit zwei Schrauben versehen.

Der Tubus ist ausziehbar, wodurch stärkere Vergrößerungen erreicht werden. Durch ein Einsatzstück kann der Tubus verlängert werden, wenn man statt Ofen II den anderen kleineren I benützt.

Die Höhe des Ofens I ist 55 *mm*, die innere Lichte 12 *mm*; beide Öfen stammen von der Firma Heraeus in Hanau.

Erwähnen will ich auch, daß Versuche ergaben, daß bei 780° neben dem polarisierten Lichte kleine Mengen von Eigenlicht auftreten, aber erst bei 900° tritt dieses stark hervor und zwischen 980 und 1270° können geringere Mengen polarisierten Lichtes, die immerhin noch Interferenzfarben sichtbar werden lassen, gegenüber des größeren Anteils von Eigenlicht durchgehen. Man kann daher bis 1270° sehr gut mit polarisiertem Lichte arbeiten, wohl aber auch bei höherer Temperatur, wenn man die Bogenlampe verstärkt.¹

Will man bei niederen Temperaturen, bis 350° etwa, Beobachtungen machen, so wird das Präparat auf den Ofen aufgelegt und das Thermoelement in eine Öffnung des möglichst dünnen Objektglases eingefügt, und zwar muß dann das Thermoelement von oben zugeleitet werden.

Ich beabsichtige für derlei Untersuchungen einen noch kleineren Ofen zu konstruieren, da ja zur Erzeugung von niederen Temperaturen, 300 bis 400°, ein solcher genügen würde. Der Vorteil wäre der, daß man bei noch stärkeren Vergrößerungen arbeiten und vielleicht auch eine Kondensorlinse einschalten könnte, wodurch dann die konoskopische Untersuchung von Krystallplatten (Messung von Achsenwinkeln u. dgl.) ermöglicht würde.

Das Mikroskop mit Ofen I gibt übrigens Temperaturen über 1250° und lassen sich bis zu dieser Temperatur auch alle jene Untersuchungen ausführen, die bei Verwendung des Ofens II durchführbar sind. Es wird daher auch für Schmelz- und Krystallisationsversuche dieser Ofen verwendbar sein, vorausgesetzt, daß eine höhere Temperatur nicht notwendig ist. Der Vorteil ist gegenüber dem Ofen II der, daß eine stärkere Vergrößerung möglich ist.

II. Das Mikroskop soll hauptsächlich für hohe Temperaturen dienen und ist es daher nötig, einen Ofen verwenden zu

¹ Nach meinen Erfahrungen kann man zwar auch noch bei weit höheren Temperaturen mit polarisiertem Licht arbeiten, aber die Interferenzfarben sind undeutlich.

können, welcher so hohe Temperaturen gibt, daß die meisten Mineralien und andere Stoffe darin schmelzbar sind; doch wäre es zwecklos, über 1600° hinauszugehen, obschon es auch Mineralien gibt, die über diesem Punkte schmelzen (Korund, Zirkon, Sillimanit, Andalusit, Quarz), aus dem Grunde, weil höhere Temperaturen sich mit dem Le Chatelier'schen Pyrometer nicht mehr messen lassen und die optischen Pyrometer hier nicht gut anwendbar sind. Der in Anwendung kommende Ofen II hat eine Höhe von 100 mm und eine innere Lichte von 10 mm ; er wird unten durch eine Quarzglasplatte abgeschlossen. Man könnte auch jedes beliebige, nicht leicht schmelzbare Material, auch eine Metallplatte, verwenden; es ist aber zweckmäßiger, wenn zur Einstellung des Präparates Tageslicht verwendet wird, daher soll die Abschlußplatte durchsichtig sein; eine Glasplatte kann leicht springen, daher Quarzglas vorzuziehen ist.

Nicht geringe Schwierigkeiten bereitet die Befestigung des zu untersuchenden Objektes. Bei dem Ofen I ist das Lumen ein weiteres und man wird schon deshalb, weil die zu untersuchende Platte horizontal liegen soll, einen kleinen Platindreifuß benützen, wobei das Thermoelement, das aus sehr dünnen Drähten besteht, von unten eingeschoben wird; die Drähte sind mit äußerst feinen, schmalen Kaolinröhrchen isoliert. Bei Ofen II hänge ich das Objekt mit einem Platinring, der durch drei dünne Platindrähte getragen wird, ein. Jedoch kann man sich auch hier des Dreifußes bedienen. Bei beiden Ofen bediene ich mich für Schmelz- und Krystallisationsversuche einer kleinen Quarzglasschale von Heraeus; bei Untersuchung von Platten kann man diese direkt auf den Dreifuß legen.

Messung und Regulierung der Temperatur.

Die Messung wird mit dem Platin-Platin-Rhodiumelement wie bei dem früheren Instrument vorgenommen und verweise ich auf das dort Erwähnte. Wichtig ist, daß das Thermoelement sich unmittelbar neben dem zu erwärmenden Präparat befinde, da ja an verschiedenen Stellen des Ofens verschiedene Temperatur herrscht. Um das zu vermeiden, muß der Ofen oben und unten gut verschlossen sein, damit eine aufströmende Luft-

schicht nicht oben entweiche und wieder durch eine kalte von unten ersetzt werde. Die obere, den Verschuß bildende Quarzglasplatte wird daher auf die Metallplatte, die die Fassung des oberen Teiles des Ofens bildet, durch einen dicken breiten Kupferring niedergedrückt, so daß kein kontinuierlicher Luftzug entstehen kann.

Bei Ofen I wie bei II verwende ich meistens ein von unten nach oben gerichtetes Thermoelement. In dem Tische des Mikroskops befindet sich ein Asbestschiefereinsatz mit Rinnen, in welchen die Drähte des Thermoelementes laufen; diese sind im Ofen senkrecht umgebogen und dort mit einem äußerst dünnen Röhrchen, wie sie bei der Nernstlampe verwendet werden, isoliert. (Ich verdanke eine größere Partie dieser Röhrchen Herrn Prof. Lampa in Wien.) Es ist diese Isolation ganz besonders dort nötig, wo das Präparat wie bei Ofen I auf einem Platindreifuß ruht.

Bei Ofen I kann das Thermoelement auch von oben eingehängt werden, was in manchen Fällen zweckmäßig ist, insbesondere bei niedrigeren Temperaturen.

Die Heizung erfolgt wie früher durch Gleichstrom und kann dazu der Straßenstrom oder eine kleine Akkumulatorenbatterie verwendet werden. Die Belastung der Heizspirale ist für den Ofen I 3 Ampere bei 80 Volt Spannung und für den zweiten 5 Ampere und 120 Volt. Die Regulierung erfolgt durch mehrere passende Widerstände. Das Anheizen sowie das Abheizen des Ofens soll nicht allzu schnell erfolgen, weil, wie mich die Erfahrung lehrte, dies die Haltbarkeit beeinträchtigen würde.

Die Regulierung der Temperatur ist äußerst wichtig, da namentlich bei Schmelz- und Krystallisationsvorgängen auch längeres Verweilen bei derselben Temperatur oft notwendig ist. Diese Regulierung erfolgt durch drei Widerstände, doch kann man sich auch mit zwei Vorschaltwiderständen begnügen, was auch von der Stromquelle abhängig ist. Ich verwende den Straßenstrom von 220 Volt. Um nun nicht mehr als die früher erwähnte Spannung und Stromstärke zu erhalten und auf $\frac{1}{20}$ Ampere einstellen zu können, wird zuerst ein großer Widerstand Nr. 1 von 96 Ω eingeschaltet, welcher jedoch nur ein Ausschalten von $4\frac{1}{2}$ Ω gestattet. Der zweite Vorschalt-

widerstand von 53Ω hat 18 Drahtspiralen. Endlich befindet sich auch dicht bei dem Instrument noch ein Ruhstrath'scher Schiebewiderstand zur genauen Regulierung. Zwischen diesem Widerstand und dem Ofen befindet sich eine Sicherung (3 Ampere für Ofen I, 5 Ampere für Ofen II), damit der Ofen nicht übermäßig belastet, noch überheizt werde, wodurch die Heizspirale versagen könnte.

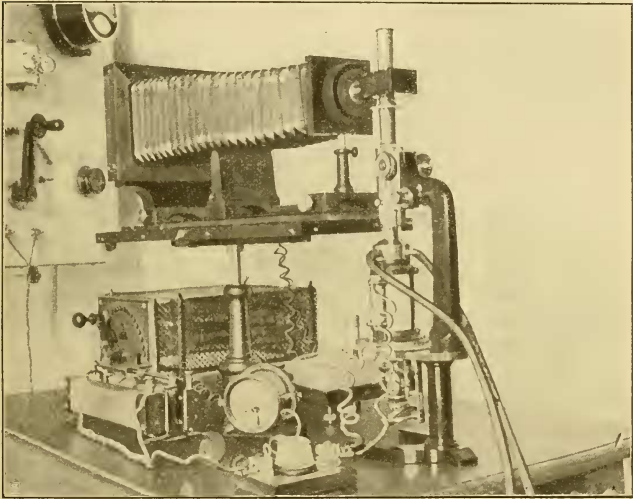


Fig. 2.

Der Widerstand I gestattet, von $4\frac{1}{2}$ zu $4\frac{1}{2} \Omega$ einzuschalten, der zweite Widerstand 3, während der Schiebewiderstand für eine Windung 0.65Ω ausschaltet. Man kann sich aber auch mit zwei Widerständen begnügen, da der erste und der zweite selbstverständlich zusammengezogen werden können.

Vermittels dieser Widerstände kann man, wie die Erfahrung zeigt, von 5 zu 5° die Temperatur progressiv erhöhen und auch durch lange Zeit konstante Temperatur erhalten, was insbesondere bei den Krystallisationsversuchen notwendig ist.

Die Stromstärke kann mit den Widerständen von $\frac{1}{20}$ zu $\frac{1}{20}$ Ampere gesteigert, respektive verringert werden.

Kühlung der Linse.

Namentlich für stärkere Vergrößerungen, die insbesondere bei dem kleineren Ofen I angewendet werden, ist eine ausgiebige Kühlung der Linse notwendig, da diese in ganz geringer Distanz von dem Ofen sich befindet. Die Kühlung erfolgt durch ein die Linse umgebendes Wasserreservoir, welches in Fig. 3 abgebildet ist.

Das Wasserreservoir steht in direkter Verbindung mit der Wasserleitung und zirkuliert das Wasser so, daß es in *A* ein-

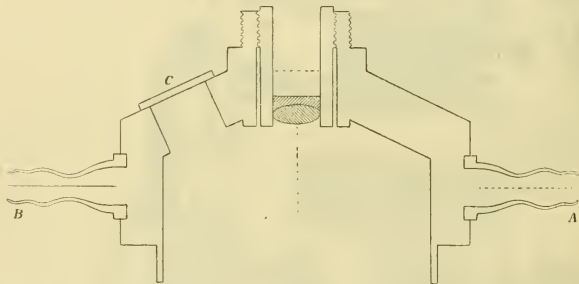


Fig. 3.

fließt und bei *B* ausfließt, je nachdem der Regulierungshahn mehr oder weniger geöffnet ist, stärker oder schwächer; in *C* ist ein Fenster, welches einen Einblick in den Ofen gestattet.

Man könnte auch auf die Idee kommen, den Ofen oben von außen zu kühlen; ich halte dies jedoch für unpraktisch und komplizierter als die leicht durchzuführende Linsenkühlung. Die Ofenkühlung wirkt der Erhitzung zu sehr entgegen und schafft auch große Temperaturdifferenzen an verschiedenen Stellen der Heizröhre, wodurch starke Strömungen in derselben entstehen, was zu vermeiden ist.

Das Objektiv besteht aus einer Chromglas- und Flintglaslinse, welche nicht verkittet sind. Das Objektiv kann durch einen Einsatz hinuntergeschoben werden bis an den unteren

Rand des Reservoirs; dadurch, daß kein Kitt verwendet wird, kann man das Objektiv höheren Temperaturen aussetzen, so daß man es ganz an den Rand des Ofens rücken kann. Dadurch können stärkere Vergrößerungen angewandt werden.

Vergrößerungen.

Sehr starke Vergrößerungen bedingen eine kleine Fokaldistanz und dabei große Annäherung an das zu untersuchende Objekt, was aber dort ausgeschlossen ist, wo dieses im Inneren des Ofens sich befinden soll. Im Ofen I lassen sich selbstverständlich stärkere Vergrößerungen erzielen wie bei dem hohen Ofen. Bei manchen Beobachtungen, insbesondere bei der Bestimmung der Schmelzpunkte, sind größere lineare Vergrößerungen auch nicht nötig; hier genügt eine solche von 20 bis 60. Bei der Beobachtung von Krystallisationsvorgängen ist jedoch möglichst starke Vergrößerung wünschenswert, was aber bei Anwendung von Ofen II nicht gut durchführbar ist, da hier über 88 nicht gut hinausgegangen werden kann (bei ausgezogenem Mikroskoptubus), weil für sehr hohe Temperaturen das Objekt nicht sehr weit von der Mitte der Heizröhre befestigt werden soll. Die stärkste Vergrößerung, die ich mit Objektiv 1 und Okular 5 anwende, beträgt zirka 132; sie ist aber nur bei Ofen I anwendbar. Indessen ist hier, wenn man nicht über 1000° gehen will, ein stärkeres Objektiv anbringbar; das Objekt wird etwas höher befestigt. Um stärkere Vergrößerung zu erzielen, wird in den Mikroskoptubus ein Einsatzrohr mit stärkerem Objektiv eingeschoben, also ein zweiter Mikroskoptubus, wodurch sich die Vergrößerungen von 100 auf 132, beziehungsweise von 66 auf 88 erhöhen. Für den kleineren Ofen lassen sich sogar bei Objektiv 3 Vergrößerungen von 371 erzielen.

Für Ofen II läßt sich mit Objektiv 0 nur eine Vergrößerung von 88 durchführen; doch genügen in vielen Fällen Objektiv 00 mit Okular 4, was 50fache Vergrößerung ergibt.

Will man zur Untersuchung von Krystallplatten die Temperaturen von 300 bis 400° anwenden, so legt man das Objekt auf den Ofen; in diesem Falle kann natürlich jede beliebige Vergrößerung angewandt werden. Eine Kühlung des Objektivs ist auch hier nicht nötig.

Photographieren der Vorgänge.

Der Apparat soll gleichzeitig zu Beobachtungen und photographischen Aufnahmen eingerichtet sein. Zu diesem Zwecke wird über dem Rohr eine Kamera eingeschoben, die ein Prisma enthält, welches durch einen Stift drehbar ist, so daß man bald auf das Beobachtungsookular, bald auf den photographischen Apparat einstellen kann.

Gewöhnlich dient das vertikale Okular zur Beobachtung, das horizontale zur Photographie. Der photographische Apparat ist dann horizontal angebracht, was ein genaueres Einstellen erlaubt. Wie schon früher erwähnt,¹ ist es zweckmäßig, um scharfe Bilder zu erhalten, ein Farbenfilter einzuschalten, was aber nur bei höheren Temperaturen (über 1000°) nötig ist, also bei Ofen II. Zu diesem Zwecke wird der Nikol durch eine Vorrichtung ersetzt, welche gestattet, ein rotes oder orangefarbenes Filter einzuschieben.

Will man bei Anwendung des Ofens I photographieren, so wendet man das Licht der Bogenlampe an, in welchem Falle die Farbenfilter nicht eingeschoben werden. Es ist zweckmäßig, das Objekt in kaltem Zustand bei Tageslicht zu photographieren, beim Schmelzbeginn und dann bei verschiedenen Temperaturen, bei auf- und absteigender Temperatur.

Als photographische Platten dienen rote Perutz-Platten, die sich bewährt haben.

Arbeiten mit Gasen.

Es ist in manchen Fällen auch notwendig, Schmelz- und Krystallisationsversuche mit Gasen vorzunehmen; es soll meist weniger ein kontinuierlicher Gasstrom zirkulieren, als eine Gasatmosphäre ohne Druck erzeugt werden. Das Gas wird von unten eingeleitet, zirkuliert im Rohr und verläßt es oberhalb desselben. Zuerst war das Ableitungsrohr in dem Apparat zur Kühlung der Linse angebracht. Eine Änderung erwies sich jedoch als zweckmäßig und bringe ich jetzt das metallische Ableitungsrohr direkt unter der Quarzplatte am oberen Ende

¹ Congresso internaz. di chimica applicata, Roma 1906.

des Ofens an. Der Ofen ist mit einem eisernen Mantel umgeben und die Quarzglasplatten sind durch Metallringe auf den Ofen anzuschrauben.

Die Versuche zeigten, daß ein Eindringen von Luft in den Ofen nicht stattfand. Man kann alle Versuche in einem beliebigen Gase, Wasserstoff, Kohlensäure, Stickstoff, ausführen.

Anmerkung.

Im American Journal, 1909, p. 43, bilden E. Wright und E. Larsen ein Erhitzungsmikroskop ab, dessen sie sich bei ihren Versuchen bedienten. Dasselbe hat eine große Ähnlichkeit mit dem von mir im Jahre 1904 (diese Sitzungsberichte, Bd. 113, Abt. I, p. 497) abgebildeten und unterscheidet sich von meinem Apparat nur durch unwesentliche Änderungen, und zwar dadurch, daß nicht die Linse gekühlt wird, sondern der Ofen oben abgekühlt wird. Ich muß meinem Erstaunen Ausdruck geben, daß die Verfasser bei der Beschreibung dieses Apparates ganz unerwähnt ließen, daß ich mich seit mehreren Jahren eines solchen Erhitzungsmikroskops bediene und ein ganz ähnliches im Jahre 1904 beschrieben und abgebildet habe.
